

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平2-251607

⑬ Int. Cl.³

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成2年(1990)10月9日

D 01 F 2/28
B 01 D 71/14
D 01 F 2/28

A 6791-4L
7824-4D
Z 6791-4L

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全3頁)

⑮ 発明の名称 セルロースエステル繊維の紡糸方法

⑯ 特 願 平1-67157

⑰ 出 願 平1(1989)3月17日

⑱ 発 明 者 上 西 徹 滋賀県大津市堅田2丁目1番1号 東洋紡績株式会社総合
研究所内
⑱ 発 明 者 宮 城 守 雄 滋賀県大津市堅田2丁目1番1号 東洋紡績株式会社総合
研究所内
⑱ 発 明 者 柳 山 善 次 郎 大阪府大阪市北区堂島浜2丁目2番8号 東洋紡績株式会
社本店
⑲ 出 願 人 東 洋 紡 績 株 式 会 社 大阪府大阪市北区堂島浜2丁目2番8号

明 細 書

1. 発明の名称

セルロースエステル繊維の紡糸方法

2. 特許請求の範囲

(1) セルロースエステルを有機溶剤に溶解させてなる溶液をノズルから押出す紡糸方法において、カルボキシ基を2個以上有する有機酸および／または前記有機酸の塩を前記溶液に添加することを特徴とするセルロースエステル繊維の紡糸方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、セルロースエステルを有機溶剤に溶解させてなる溶液をノズルから押出す紡糸方法に関するものであり、衣料または分離膜等に応用されるセルロースエステル繊維の製造に適用するのに好適な方法を提供するものである。

(従来技術)

セルロースエステル繊維は、古くから衣料用として、また最近では分離膜として多く用いられて

いる。それらの製造方法つまり紡糸方法は、乾式または湿式紡糸によって行なわれてきたが、いずれの方法においても糸切れという現象が操業面で災いしていた。この糸切れを防止する目的で、ポリマーや溶剤等の原液組成の変更、また原料の精製等様々な試みがなされていたが、決定的な方法とはならなかった。

(発明が解決しようとする課題)

従来から、セルロースエステル繊維の紡糸工程において糸切れという現象が操業面において問題になっていた。本発明では、この問題を解決するために糸切れを防ぐ方法を見出し、操業面で安定なセルロースエステル繊維の紡糸方法を提供する。

(課題を解決するための手段)

前記課題を解決するために鋭意検討の結果本発明に到達した。すなわち、本発明はセルロースエステルを有機溶剤に溶解させてなる溶液をノズルから凝固浴に押出す紡糸方法において、カルボキシ基を2個以上有する有機酸および／または前記有機酸の塩を前記溶液に添加することを特徴と

するセルロースエステル繊維の紡糸方法である。

本発明におけるセルロースエステル繊維の最も望ましい紡糸形態は中空繊維である。

セルロースエステル繊維の紡糸工程における糸切れの発生を紡糸する方法として、従来からポリマーや溶剤等の原液組成の変更又は原料の精製等様々な試みがなされてきた。

しかしながら、決定的かつ効果的な手段を見出すことはできなかった。本発明者は、糸切れの原因が原料セルロースエステル中に含まれる微量な金属イオンに由来することを見出した。つまり、金属イオン析出により不均性な糸が形成され、それによって物性に悪影響を与え、糸切れが発生するというのである。

この糸切れの対策としては、セルロースエステル中からの金属イオンの除去が考えられるが、微量しか存在しないため分離が大変難しい。そこでカルボキシル基を2個以上有する有機酸および／または前記有機酸の塩をセルロースエステル溶液中に添加することにより、キレート錯体を生じさ

セル、ジオキサソ、テトラヒドロフラン、メチレンクロライド、メチルセロソルブ、メチルセロソルブアセテート、ニトロメタンニトロプロパン、フルクラール、水酢酸、N-メチル-2-ピロリドン等があり、若しくはこれらの溶媒を主成分とする混合溶媒、例えばニトロメタン-メタノール、ニトロプロパン-エタノール、ニトロプロパン-メタノール、メチレンクロライド-エタノール、メチレンジクロライド-エタノール、アセトン-エタノール等がある。

この他に、アセトン-水、アセトン-トリエチレングリコール、アセトン-メタノール、アセトン-ベンゼン等であってもよい。

本発明に用いる、カルボキシル基を2個以上有する有機酸とは、クエン酸、シュウ酸、EDTA等及びそれらの塩が挙げられ、カルボキシル基は分子内で近接していることが望ましい。

この有機酸の添加量は、セルロースエステル溶液中に含まれる微量金属イオンの濃度に対して、0.5～5モル、好ましくは1.0～3.0モル

せ、糸切れの原因である金属イオンを封じ込んで操業安定性を向上させることを試みた。その結果、糸切れは大幅に減少または皆無となり、セルロースエステル繊維の製造の操業性が格段に向上することができ、本発明を完成するに至った。

次に本発明を更に詳細に説明する。

使用可能なセルロースエステルとしては、セルロースアセテート、セルローストリアセテート等の誘導体、セルロースアセテートブチレート、セルロースアセテートプロピオネート等のセルロースの混合エステル化物が挙げられる。セルロースアセテートを用いる時のそのアセチル化度は通常主として30～85%であり、他のエステル化誘導体の場合は、そのアシル化度は通常主として30～85%である。

セルロースエステルを溶解する上述の溶剤の代表的な例としては、ジメチルアセトアミド、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド、テトラメチレンスルホン、γ-ブチロラクトン、アセトン、メチルエチルケトン、酢酸メチル、乳酸エ

相当加える必要がある。

次に実施例を挙げて、更に詳細に説明する。

(実施例)

セルローストリアセテートを用い、これをN-メチル-2-ピロリドンに溶解し、これにクエン酸を加えたものと加えないものの2種類の紡糸原液を作った。これを二重管ノズルより押出して、乾湿式紡糸法によって中空繊維を製造した。結果を表1に示した。

表 1

原液組成			内液組成		糸切れ回数 (回/250km糸)
セルロース トリアセテート (%)	N-メチル- 2-ピロリドン (%)	クエン酸 (ppm)	N-メチル- 2-ピロリドン (%)	H ₂ O(%)	
30.0	70.0	20 0	60.0	40.0	0 13

表1の糸切れ回数の結果からも分かるように、紡糸原液にクエン酸を添加することによって、可紡性が格段に向上した。

尚、クエン酸を添加して紡糸した中空繊維の性能に関しては、無添加のものと全くかわりなく、金属イオンと錯体を形成するクエン酸は、中空繊維の性能、品質に影響を及ぼさなかった。

(発明の効果)

以上記載のように、本発明はセルロースエステル紡糸原液にカルボキシル基を2個以上有しかつそれが近接に位置する有機酸を添加することによって、糸切れの少ない極めて良好な操業性のセルロースエステル繊維の紡糸方法を提供する。

特許出願人 東洋紡績株式会社